



圖1 木賊外觀圖

A. 木賊 B. 莖表面放大圖 C. 莖橫切面放大圖

n 更 E

木賊

1. 名稱

藥材正名: Equiseti Hiemalis Herba

中文名:木賊

漢語拼音名: Muzei

2. 來源

本品為木賊科植物木賊 $Equisetum\ hyemale\ L.$ 的乾燥地上部分。 夏、秋二季採割,除去雜質,曬乾或陰乾。

3. 性狀

本品呈長管狀,莖不分枝,多數被切成段,長短不一,長可至60 cm,直徑2-7 mm。表面灰綠色至黃綠色,具有18-30 條縱棱,棱上有多數細小光亮的疣狀突起。節明顯,節間長2.5-9 cm,節上著生鱗葉,葉鞘基部和鞘齒暗棕色,中部淡棕黃色,鞘齒狹長三角形,基部環繞莖形成鞘,多數情況下,葉鞘易脱落,只在節處有部分葉鞘殘留。質脆,體輕,易折斷,斷面中空,周邊有多數圓形的小空腔。氣微,味微甘,微澀,嚼之有沙粒感(圖1)。

4. 鑒別

4.1 顯微鑒別 (附錄 III)

横切面

莖:表皮由 1 列細胞組成,外被角質層,表面有溝槽和棱脊。每個棱脊上有透明硅質疣狀突起 2 個,每個溝槽內有凹陷的氣孔 2 個。厚壁組織位於棱脊內側,成楔形深入皮層薄壁組織中。溝槽內的厚壁細胞 1-3 列。皮層由薄壁細胞組成,細胞呈類圓形或長柱狀。每個溝槽下方有 1 空腔。內皮層由 2 列細胞組成,外列呈波狀環形,內列呈圓環狀,均可見明顯凱氏點。維管束外韌型,位於 2 列內皮層之間,棱脊之下。維管束內側有 1 個中央內腔。髓部薄壁細胞位於內皮層內側,扁平皺縮(圖 2)。

Solidaginis Herba 一枝黄花

Rosae Laevigatae Fructus

Buddlejae Flo 密蒙花 覆盆子

Bennae Foliu 番瀉葉

豬牙皂

川 深丁 Toosendan Fructus Cyathulae Radix 川牛膝

木賊

粉末

綠色至綠棕色。表皮細胞呈延長的長方形,壁增厚,氣孔類圓形或橢圓形,直徑 70-85 μm,保衛細胞具有多數增厚的條紋。內皮層細胞呈延長的長方形,壁略增厚。管胞主要為螺紋和梯紋。葉鞘表皮細胞棕色,呈延長的長方形,壁增厚(圖 3)。

ae Olisialae Flos

将 馬 貫 取 の Genkwa 発 発 発 若 花 Acanthopanacis Cortex

超苦油

木賊

泛子 **亚** 年 Alpiniae Oxyphyllae Fruc

/goni Orientalis Fruc 水紅花子

Picrorhizae Rhiz

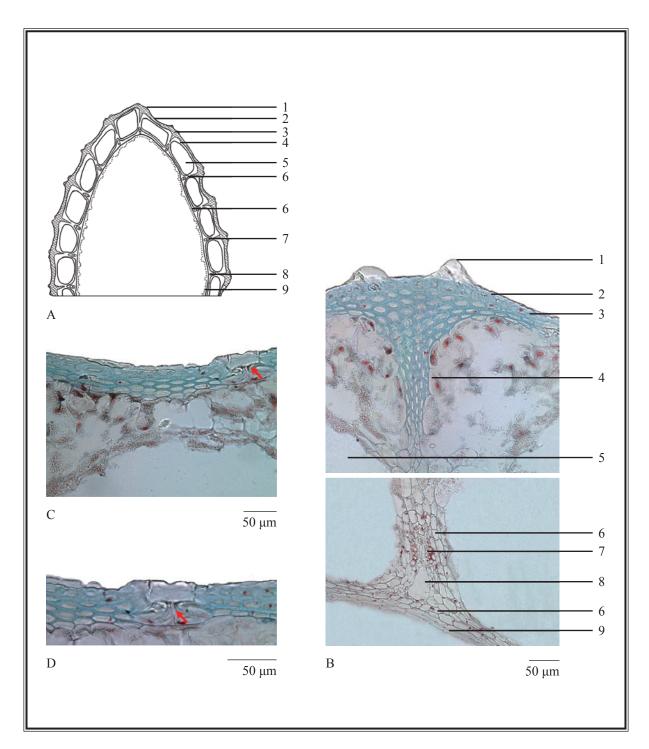
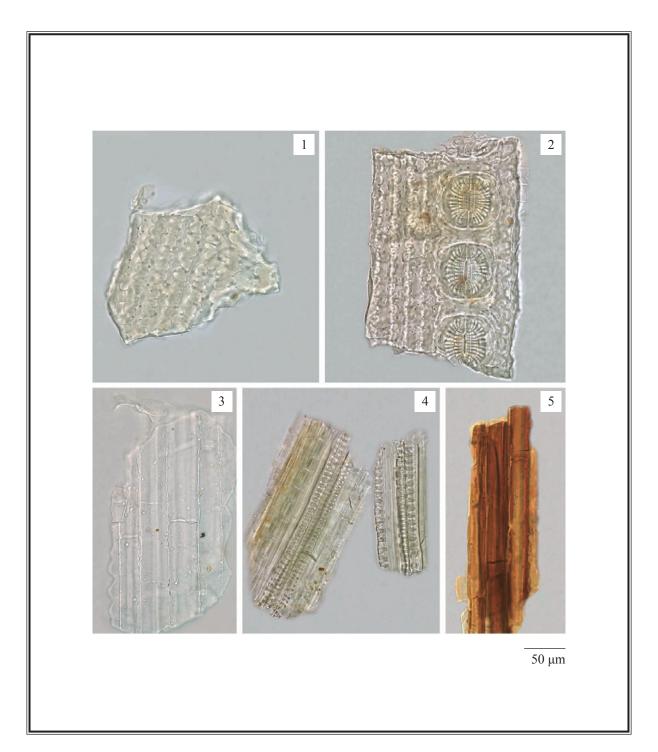


圖 2 木賊莖橫切面顯微特徵圖

- A. 簡圖 B. 橫切面圖 C. 具有凹陷的氣孔橫切面圖 D. 凹陷的氣孔放大圖
- 1. 硅質突起 2. 表皮 3. 厚壁組織 4. 皮層 5. 空腔 6. 內皮層
- 7. 維管束 8. 維管束內側的中央空腔 9. 髓部薄壁細胞

木賊



木賊粉末顯微特徵圖(光學顯微鏡下)

- 1. 莖表皮細胞(表面觀) 2. 莖表皮細胞和凹陷的氣孔 3. 內皮層細胞 4. 管胞
- 5. 葉鞘表皮細胞

4.2 薄層色譜鑒別 [附錄 IV(A)]

對照品溶液

山柰酚 3-β-槐糖苷對照品溶液 取山柰酚 3-β-槐糖苷對照品(圖 4) 1.0 mg,溶解於 0.5 mL 乙醇中。

展開劑

製備正丁醇 - 冰醋酸 - 水(14:1:0.5, v/v)的混合溶液。

供試品溶液

取本品粉末 1.0 g,置 50-mL 錐形瓶中,加 70% 乙醇 20 mL,超聲(270 W) 處理 1 小時。濾過,取濾液轉移於 50-mL 圓底燒瓶中,用旋轉蒸發器減 壓蒸乾,殘渣溶於2mL70%乙醇,即得。

操作程序

照薄層色譜法 [附錄 IV (A)] 進行。分別吸取山柰酚 3-β-槐糖苷對照品 溶液和供試品溶液各 1 μL,點於同一高效硅膠 F, μ 薄層板上。用上述新 製備的展開劑展開約 4 cm,取出,標記溶劑前沿,晾乾。在約 105°C 加 熱,直至斑點或條帶清晰可見(約5分鐘)。置紫外光(254 nm)下檢視, 並計算 $R_{\rm f}$ 值。

山柰酚 3-β-槐糖苷化學結構式

Buddlejae Flo 密蒙花 覆盆子

Sennae Foliu 番瀉葉

豬牙皂

川裸丁
Toosendan Fructus

Cyathulae Radix 川牛膝

木賊

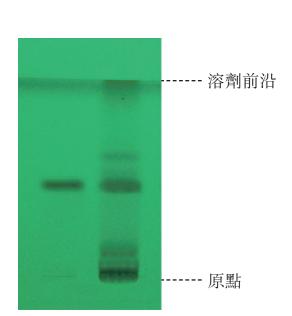


圖 5 木賊提取液對照高效薄層色譜圖(在紫外光 254 nm 下檢視)

1. 山柰酚 3-β-槐糖苷對照品溶液 2. 供試品溶液

供試品色譜應顯出與山柰酚 3-β-槐糖苷色澤相同、 R_f 值相應的特徵斑點或條帶(圖5)。

4.3 高效液相色譜指紋圖譜法(附錄 XII)

對照品溶液

山柰酚 3-β-槐糖苷對照品溶液 Std-FP (20 mg/L) 取山柰酚 3-β-槐糖苷對照品 0.2 mg,溶解於 10 mL 乙醇中。

供試品溶液

取本品粉末 0.2 g,置 50-mL 離心管中,加水 10 mL,超聲 (270 W) 處理 30 分鐘,離心 5 分鐘 $(約5000 \times g)$ 。濾過,取濾液轉移於 25-mL 量瓶中,重複提取 1 次,合併濾液,加水至刻度,用 0.45- μ m 微孔濾膜 (RC) 濾過,即得。

色譜系統

液相色譜:二極管陣列檢測器,檢測波長 265 nm; 4.6×250 mm 十八烷 基鍵合硅膠 $(5 \mu m)$ 填充柱;進柱管內徑約 0.5 mm;流速約 1.0 mL/min。 色譜洗脱程序如下(表 1):

木賊

色譜洗脱條件 表 1

時間 (分鐘)	0.1% 三氟醋酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脱
0 - 40	$90 \rightarrow 70$	$10 \rightarrow 30$	綫性梯度

系統適用性要求

吸取山柰酚 3-β-槐糖苷對照品溶液 Std-FP 10 μL, 注入液相色譜儀,至 少重複5次。系統適用性參數的要求如下:山柰酚3-β-槐糖苷的峰面 積相對標準偏差應不大於 5.0%; 山柰酚 3-β-槐糖苷峰的保留時間相對 標準偏差應不大於 2.0%; 理論塔板數按山柰酚 3-β-槐糖苷峰計算應不 低於 70000。

供試品測試中3號峰與鄰近峰之間的分離度應不低於1.5(圖6)。

操作程序

分別吸取山柰酚 3-β-槐糖苷對照品溶液 Std-FP 和供試品溶液各 10 μL, 注入液相色譜儀,並記錄色譜圖。測定對照品溶液 Std-FP 色譜圖中山柰 酚 3-β-槐糖苷峰的保留時間,及供試品溶液色譜圖中3個特徵峰(圖6) 的保留時間。在相同液相色譜條件下,與相應對照品溶液 Std-FP 色譜圖 中山柰酚 3-β-槐糖苷峰的保留時間比較,鑒定供試品溶液色譜圖中山柰 酚 3-β-槐糖苷峰。二色譜圖中山柰酚 3-β-槐糖苷峰的保留時間相差應 不大於 2.0%。按附錄 XII 公式計算特徵峰的相對保留時間。

木賊提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍見表 2。

表 2 木賊提取液 3 個特徵峰的相對保留時間及可變範圍

峰號	相對保留時間	可變範圍	
1	0.48	$\pm \ 0.03$	
2	0.60	± 0.03	
3 (指標成份峰,山柰酚 3-β-槐糖苷)	1.00	-	

Rosae Laevigatae Fructus

Buddlejae Flo 密蒙花 覆盆子

Sennae F 番瀉

川楝丁 Toosendan Fructus Cyathulae Radix 川牛膝

木賊



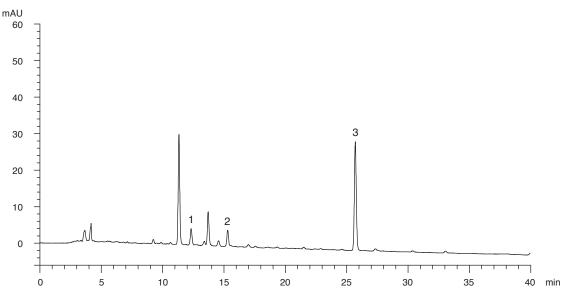


圖 6 木賊提取液對照指紋圖譜

供試品色譜圖中應有與對照指紋圖譜相對保留時間範圍內一致的3個特徵峰(圖6)。

5. 檢查

- **5.1 重金屬**(*附錄 V*):應符合有關規定。
- **5.2 農藥殘留**(附錄 VI):應符合有關規定。
- 5.3 霉菌毒素 黃曲霉毒素 (附錄 VII):應符合有關規定。
- **5.4** 二氧化硫殘留(附錄 XVII):應符合有關規定。
- **5.5 雜質**(附錄 VIII): 不多於 3.0%。
- 5.6 灰分(附錄 IX)

總灰分: 不多於 10.0%。

酸不溶性灰分:不多於 2.5%。

木賊

5.7 水分(附錄 X)

烘乾法:不多於 13.0%。

6. 浸出物(附錄 XI)

水溶性浸出物(冷浸法):不少於 9.0%。 醇溶性浸出物(冷浸法):不少於7.0%。

7. 含量測定

照附錄 IV(B)進行。

對照品溶液

山柰酚 3-β-槐糖苷對照品儲備液 Std-Stock (200 mg/L) 精密稱取山柰酚 3-β-槐糖苷對照品 5.0 mg,溶解於 25 mL 乙醇中。 山柰酚 3-β-槐糖苷對照品溶液 Std-AS 精密吸取山柰酚 3-β-槐糖苷對照品儲備液適量,以乙醇稀釋製成含山柰酚

3-β-槐糖苷分別為 1、2、5、10、20 mg/L 系列的對照品溶液。

供試品溶液

精密稱取本品粉末 0.2 g, 置 50-mL 離心管中,加水 10 mL,超聲(270 W)處 理 30 分鐘,離心 5 分鐘(約 5000 \times g)。濾過,取濾液轉移於 25-mL 量瓶中, 重複提取1次,合併濾液,加水至刻度,用0.45-μm微孔濾膜(RC)濾過,即得。

色譜系統

液相色譜:二極管陣列檢測器,檢測波長 265 nm; 4.6 × 250 mm 十八烷基 鍵合硅膠(5 μm)填充柱;進柱管內徑約 0.5 mm;流速約 1.0 mL/min。色譜 洗脱程序如下(表3):

表 3 色譜洗脱條件

時間 (分鐘)	0.1% 三氟醋酸 (%, v/v)	乙腈 (%, v/v)	洗脱
0 - 40	90 → 70	$10 \rightarrow 30$	綫性梯度

Buddlejae Fle 密蒙花 覆盆子 Rubi Fructus

Sennae Foliu 番瀉葉

豬牙皂

川 棟 丁
Toosendan Fructus

Cyathulae Radi 川牛膝

木賊

系統適用性要求

將山柰酚 3-β-槐糖苷對照品溶液 Std-AS (5 mg/L) 10 μL, 注入液相色譜儀,至少重複 5 次。系統適用性參數的要求如下:山柰酚 3-β-槐糖苷的峰面積相對標準偏差應不大於 5.0%;山柰酚 3-β-槐糖苷峰的保留時間相對標準偏差應不大於 2.0%;理論塔板數按山柰酚 3-β-槐糖苷峰計算應不低於70000。

供試品測試中山柰酚 3-β-槐糖苷峰與鄰近峰之間的分離度應不低於 1.5。

標準曲綫

將山柰酚 3-β-槐糖苷系列對照品溶液 Std-AS 各 10 μ L, 注入液相色譜儀, 並記錄色譜圖。以山柰酚 3-β-槐糖苷的峰面積與相應濃度作圖。從相應 5點的標準曲綫得斜率、截距與相關系數。

操作程序

將供試品溶液 $10~\mu L$,注入液相色譜儀,並記錄色譜圖。與山柰酚 3-β-槐糖苷對照品溶液 Std-AS 色譜圖中山柰酚 3-β-槐糖苷峰的保留時間比較,鑒定供試品溶液色譜圖中山柰酚 <math>3-β-槐糖苷峰。二色譜圖中山柰酚 <math>3-β-槐糖苷相應峰的保留時間相差應不大於 5.0%。測定峰面積,按附錄 IV(B)公式計算供試品溶液中山柰酚 3-β-槐糖苷的濃度(mg/L),並計算樣品中山柰酚 3-β-槐糖苷的百分含量。

限度

按乾燥品計算,本品含山柰酚 3-β-槐糖苷 (C27H20O16)不少於 0.048%。